



(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication:

0 271 448
A2

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 87810725.9

(51) Int. Cl.⁴: B 01 L 3/14

(22) Date de dépôt: 08.12.87

B 01 J 19/10, B 01 F 11/02,
B 01 F 11/00

(30) Priorité: 11.12.86 CH 4931/86

(71) Demandeur: BATTELLE MEMORIAL INSTITUTE
7 route de Drize
CH-1227 Carouge/Genève (CH)

(43) Date de publication de la demande:
15.06.88 Bulletin 88/24

(72) Inventeur: Ringrose, Anthony
126, chemin de la Montagne
CH-1224 Chene-Bourgeries/Ge (CH)

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE

(74) Mandataire: Dousse, Blasco et al
7, route de Drize
CH-1227 Carouge/Genève (CH)

(54) Enceinte destinée à contenir un milieu liquide.

(55) Cette enceinte (1) comporte une membrane (3) ménagée dans sa paroi (2) et dont le centre présente une portion circulaire plus épaisse (4), dans la face interne de laquelle une rainure (5) est ménagée. La portion centrale (4) reliée élastiquement à la paroi (2) par la membrane (3) est destinée à venir en contact avec l'extrémité d'un transducteur ultrasonique. La rainure (5) sert à engendrer un phénomène de cavitation dans le liquide contenu dans l'enceinte (1) en vue de le mélanger.

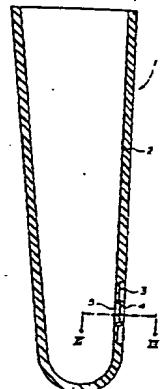


FIG. 2

EP 0 271 448 A2

Description**EPROUVEtte DESTINEE A CONTENIR UN MILIEU LIQUIDE**

La présente invention se rapporte à une éprouvette destinée à contenir un milieu liquide dans lequel doit être engendré un phénomène de cavitation par transmission d'ultrasons à l'aide d'un transducteur ultrasonique mis en contact avec la face externe de la paroi de cette enceinte.

On sait que dans le cas d'analyses chimiques, notamment d'analyses de liquides biologiques, le problème de l'homogénéisation est délicat à résoudre, notamment dans un processus d'analyse automatisé. Or, la qualité de l'homogénéisation des liquides à analyser est un facteur important dans la précision de la mesure.

Il existe différentes techniques pour mélanger des liquides dans le domaine de l'analyse, le plus courant est l'agitation de l'enceinte contenant la substance à mélanger. Cette technique est essentiellement manuelle et ne se prête pas à un processus d'analyse automatique, en outre, son efficacité est aléatoire notamment au niveau moléculaire. On a également proposé une technique de brassage par aspiration et expulsion répétées du liquide à homogénéiser, à l'aide d'une pipette. Ce mode de mélange est relativement efficace, toutefois il présente deux graves inconvénients, celui du risque de contamination des différents échantillons à analyser et le fait qu'il est impossible de garantir qu'aucune goutte de liquide ne reste accrochée à la pipette, faussant ainsi le dosage. La tendance des modes d'analyse étant de travailler avec des volumes d'échantillons très petits, l'importance de ce prélevement de gouttes sur la précision est d'autant plus grande que le volume d'échantillon est réduit.

Il faut encore relever qu'en raison des volumes très faibles analysés, l'efficacité de la technique de mélange par agitation de l'enceinte est encore réduite en raison de l'importance des forces capillaires qui s'exercent sur du liquide placé dans une enceinte de très petit volume, généralement tubulaire.

On sait depuis longtemps que la transmission d'ultrasons à travers un liquide engendre des phénomènes de cavitation. Cette propriété est utilisée soit pour le nettoyage de surfaces en contact avec ce liquide, soit pour l'homogénéisation du liquide réunissant plusieurs substances et/ou contenant des suspensions solides, soit encore pour former un brouillard.

Il a déjà été proposé, notamment dans le FR-A-2.344.329 de transmettre les ultrasons à travers la paroi d'un conduit, en vue d'homogénéiser un liquide. Pour que cette transmission soit efficace, il est nécessaire de former un réseau de vibrations stationnaires sur la paroi du conduit qui est ainsi quadrillée par des ventres ou zones actives de vibrations. Dans la solution proposée dans ce document, une extrémité du conduit est fixée à une embase rigide et l'autre extrémité est libre, la sonotrode solidaire de la même embase que le tube étant appliquée avec une pression importante contre la paroi de celui-ci. Une telle solution n'est

efficace qu'à condition qu'une extrémité du tube soit reliée rigidement à un bâti et que la masse de celui-ci soit importante. Lorsque ces conditions ne peuvent pas être réunies, cette solution est inapplicable.

Dans le US-3.633.877 on décrit un récipient destiné à contenir un liquide dont une portion du fond est reliée au reste du récipient par un diaphragme de caoutchouc qui rend cette portion libre de vibrer par rapport à la paroi du récipient. Cette portion est cinématiquement solidaire d'un oscillateur destiné à lui communiquer des vibrations de fréquence ultrasoniques. La face de cette portion du fond en contact avec le liquide à la forme d'un cône très évases dont le sommet est dirigé vers l'extérieur du récipient.

Le DE 952.763 montre un tuyau dont une portion de la paroi est rendue plus élastique et est reliée à un transducteur ultrasonique, pour communiquer des vibrations au liquide contenu dans le tuyau afin de l'homogénéiser.

L'une et l'autre de ces deux dernières solutions suppose une liaison rigide entre le transducteur ultrasonique et la paroi à laquelle on veut communiquer les ultrasons, de sorte qu'il y a liaison cinématique rigide entre ce transducteur et la paroi entraînée. Dans le cas d'une éprouvette d'analyse, notamment pour un appareil d'analyse automatique, une telle liaison cinématique n'est pas réalisable, les ultrasons devant être communiqués au liquide par simple appui du transducteur contre la face externe de l'éprouvette.

La transmission d'une énergie ultrasonique à travers la paroi d'une éprouvette avec une densité d'énergie suffisante pour engendrer la cavitation dans le milieu liquide par simple appui du transducteur ultrasonique pose divers problèmes. Il faut que l'éprouvette soit réalisée en un matériau qui présente une impédance acoustique suffisamment faible pour transmettre les vibrations. Il ne faut pas que l'énergie nécessaire pour engendrer la cavitation soit susceptible d'abîmer l'éprouvette en la brisant ou en la faisant fondre localement et superficiellement. Lorsqu'il s'agit d'analyses dans le domaine de la chimie clinique, il ne faut pas non plus provoquer un échauffement trop important du liquide à analyser. En outre les échantillons à analyser étant généralement de l'ordre du microlitre, les éprouvettes sont très petites. Dans le cas où le mélange des liquides doit être réalisé sur un appareil d'analyse automatique, il est évident que le transducteur utilisé doit être suffisamment petit et donc de faible puissance. Ces différentes exigences sont difficiles à concilier, dans la mesure où elles sont plus ou moins contradictoires.

Le but de la présente invention est d'apporter une solution qui permette de répondre à l'ensemble des conditions requises.

A cet effet, cette invention a pour objet une éprouvette destinée à recevoir un milieu liquide selon la revendication 1.

La solution proposée permet l'adaptation de la

technique de mélange par ultrasons à des éprouvettes à l'aide d'un transducteur de faible puissance, sans liaison rigide ni entre le transducteur et l'éprouvette, ni entre l'éprouvette et son support, ce qui permet l'utilisation de cette solution avec un appareil d'analyse automatique dans lequel les éprouvettes sont fixées amoviblement à un organe de transfert déplaçant les éprouvettes en regard de différents postes correspondant aux différentes étapes d'analyse de l'échantillon contenu dans l'éprouvette. Cette solution résout en outre le problème de la contamination des échantillons, de même que celui relatif à l'intégrité du volume d'échantillon et de réactif placés dans l'éprouvette. Compte tenu de la faible énergie nécessaire avec la solution proposée pour engendrer la cavitation, il n'y a pas de risque d'abîmer l'éprouvette et de chauffer exagérément son contenu.

Le dessin annexé illustre, schématiquement et à titre d'exemple, une forme d'exécution de l'enceinte objet de la présente invention.

La fig. 1 est une vue en élévation de face de cette forme d'exécution.

La fig. 2 est une vue en coupe agrandie selon la ligne II-II de la fig. 1.

La fig. 3 est une vue en coupe selon la ligne III-III de la fig. 2.

Dans un premier temps, on a pensé qu'il suffisait de ménager sur la paroi de l'enceinte une zone élastique semblable à une membrane et d'appliquer l'extrémité d'un transducteur ultrasonique contre cette zone élastique. Des essais réalisés dans ces conditions avec un milieu liquide dans lequel doit être répartie uniformément une phase solide, ont montré que l'effet de mélange, lié à la cavitation n'était pas constant. Il est apparu que les ultrasons transmis à travers la membrane élastique n'engendrait pas toujours de la cavitation et que ceci n'était pas lié à l'élasticité de la membrane. C'est alors que l'on a constaté que les seules parois qui permettaient d'engendrer de la cavitation étaient celles qui présentaient des fissures induites consécutivement à l'application du transducteur ultrasonique, et qui étaient réalisées dans des matériaux qui sont aptes à transmettre les ultrasons avec un bon rendement, ces matériaux présentant en particulier un coefficient d'élasticité supérieur à $25 \cdot 10^4 \text{ N/cm}^2$. Dans le cas des matières plastiques on peut citer à titre d'exemple le polystyrène et le polyacrylique.

Etant donné que sous l'effet de la pression exercée sur la paroi de l'éprouvette par le transducteur, les bords de la fissure s'écartent en allant vers la face interne de la paroi, on a eu l'idée d'essayer de reproduire le même effet sans fissure mais avec de petites rainures ménagées sur la face interne. Ces essais ont permis de démontrer que la présence de rainures, voire même de simples cônes rentrants ménagées dans l'épaisseur de la paroi par des pointes chaudes, permettait d'obtenir un effet de cavitation. Il semble qu'il est possible d'interpréter ce phénomène, comme résultant d'une variation du volume à l'intérieur de la rainure susceptible de créer dans la portion du liquide contenue dans cette rainure une pression locale inférieure à la pression de vapeur de ce liquide.

Parmi les essais comparatifs effectuées avec et sans rainure et avec le même transducteur ultrasonique alimenté avec le même courant, on a constaté que la présence de la rainure permet immédiatement d'engendrer la cavitation, alors que l'absence de rainure ne donne aucun résultat et peut même, en prolongeant le temps d'application de la sonotrode contre la paroi de l'éprouvette provoquer une déformation de celle-ci, consécutivement à l'échauffement. Cette expérience démontre qu'avec un transducteur ultrasonique de plus grande puissance, on risquait de détériorer l'éprouvette avant de créer la cavitation dans le liquide qu'elle contient. Il est évident que pour engendrer la cavitation, la rainure ménagée dans la face interne de la paroi de l'éprouvette doit être suffisamment fermée. En règle générale, il ne faut pas que la largeur du côté de la rainure ouvert vers l'intérieur de l'éprouvette et faisant donc communiquer la portion de liquide contenue dans cette rainure avec le reste du liquide contenu dans l'éprouvette, soit supérieure à la profondeur de cette rainure. Si cette rainure est triangulaire, ou conique il ne faut pas que l'angle excède 60°.

La forme d'exécution des figs 1 à 3 est constituée par un élément tubulaire 1 de section rectangulaire et s'évasant légèrement vers le haut, destiné à recevoir un échantillon à analyser avec son ou ses réactifs appropriés.

La paroi latérale 2 présente une portion 3 de forme carrée avec des angles arrondis dans laquelle la paroi est amincie afin de lui conférer une certaine élasticité. Cette portion amincie 3 entoure une portion circulaire 4 de même épaisseur que celle de la paroi entourant la portion amincie 3. Les parois de cet élément tubulaire 1 sont relativement rigides, elles sont réalisées en polystyrène ou en polyacrylique injecté de 0,8 mm d'épaisseur, alors que la portion amincie 3 a une épaisseur de 0,3 mm et une largeur minimum de 2 mm, la portion circulaire 4 a 2 mm de diamètre. Ces dimensions ne sont pas critiques et peuvent être modifiées dans des proportions assez larges. De même, la portion amincie 3 pourrait avoir une forme annulaire. Elle sert essentiellement à assurer un bon contact entre la portion circulaire 4 et le transducteur ultrasonique destiné à venir appuyer contre elle. Ce contact intime entre la face de cette portion circulaire 4 et la sonotrode est en effet une condition essentielle à la transmission des ondes ultrasoniques.

Sur la face interne de la paroi de cette enceinte tubulaire 1 au centre de la portion circulaire 4, une rainure 5 est ménagée. Comme on l'a déjà expliqué, le rôle de cette rainure est déterminant pour induire la cavitation dans le milieu liquide, et est d'autant plus déterminant qu'il a permis de démontrer qu'il était possible d'induire la cavitation sans la portion amincie 3, à condition d'avoir un bon contact entre le sonotrode et la face externe de l'élément tubulaire 1, en face de la rainure 5. Ceci prouve donc le rôle prédominant de cette rainure 5 sur celui de la portion élastique 3, qui ne semble avoir que le rôle d'assurer un bon contact avec la sonotrode en permettant à la face externe de la portion 4 un certain déplacement angulaire si l'extrémité de cette sonotrode n'est pas

parfaitement parallèle à sa face externe.

Revendications

5

1. Eprouvette destinée à recevoir un milieu liquide, une portion de sa paroi au moins étant conformée pour transmettre audit milieu liquide des ondes ultrasoniques d'intensité d'énergie apte à y engendrer la cavitation, caractérisé par le fait que la paroi de l'éprouvette est réalisée en une pièce à l'aide d'un matériau dont le module d'élasticité se situe au-dessus de $25 \cdot 10^4$ N/cm² la face interne de la paroi de cette éprouvette comportant, dans la zone de transmission des vibrations ultrasoniques, une rainure ménagée dans l'épaisseur de cette paroi et dont la largeur de l'ouverture dans cette face interne n'est pas supérieure à sa profondeur, pour créer dans cette rainure des variations de volume susceptibles d'engendrer dans le liquide contenu dans cette rainure une pression locale inférieure à la pression de vapeur du liquide.

10

2. Eprouvette selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la portion de paroi contenant ladite rainure est entourée d'une zone d'épaisseur réduite, susceptible de flétrir élastiquement par rapport à cette paroi, lorsque l'extrémité d'un transducteur ultrasonique est appliquée contre elle.

15

3. Eprouvette selon la revendication 2, caractérisée par le fait que ladite paroi présentant ladite zone délimitée de rigidité réduite est plane.

20

4. Eprouvette selon la revendication 2, caractérisée par le fait que ladite zone délimitée de rigidité réduite comporte une partie élastique de forme annulaire reliant une partie centrale plus rigide au reste de la paroi de cette enceinte.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

4

0271448

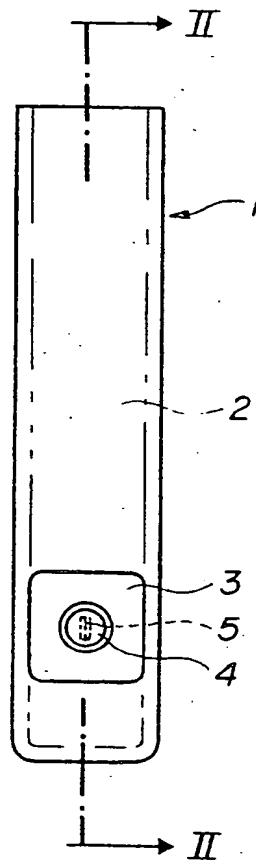


FIG. 1

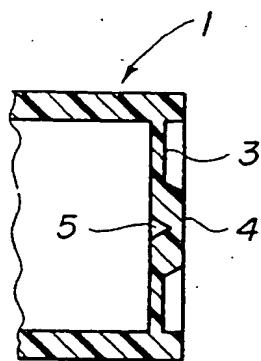


FIG. 3

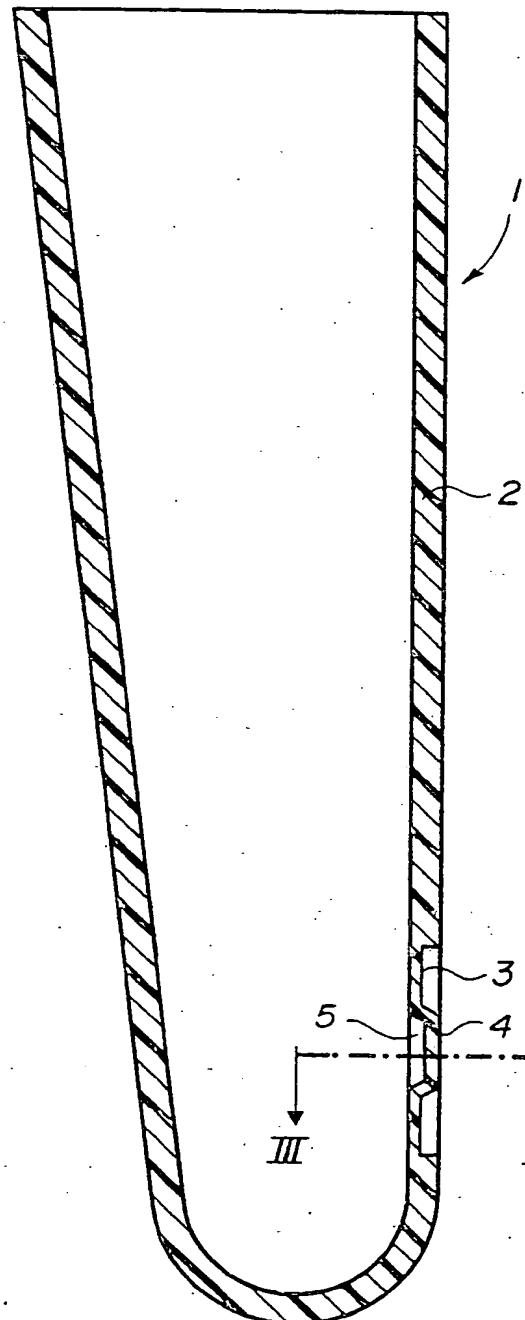


FIG. 2



(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication:

0 271 448
A3

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 87810725.9

(22) Date de dépôt: 08.12.87

(51) Int. Cl.4: B01L 3/14 , B01J 19/10 ,
B01F 11/02 , B01F 11/00

(30) Priorité: 11.12.86 CH 4931/86

(43) Date de publication de la demande:
15.06.88 Bulletin 88/24

(64) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE

(66) Date de publication différée du rapport de recherche: 27.12.89 Bulletin 89/52

(71) Demandeur: IntraCel Corporation
c/o Cottle Catford & Co. 17 High Street
Bridgetown(BB)

(72) Inventeur: Ringrose, Anthony
126, chemin de la Montagne
CH-1224 Chene-Bourgeries/Ge(CH)

(74) Mandataire: Micheli & Cie
118, rue du Rhône Case postale 47
CH-1211 Genève 6(CH)

(54) Enceinte destinée à contenir un milieu liquide.

(57) Cette enceinte (1) comporte une membrane (3) ménagée dans sa paroi (2) et dont le centre présente une portion circulaire plus épaisse (4), dans la face interne de laquelle une rainure (5) est ménagée. La portion centrale (4) reliée élastiquement à la paroi (2) par la membrane (3) est destinée à venir en contact avec l'extrémité d'un transducteur ultrasonique. La rainure (5) sert à engendrer un phénomène de cavitation dans le liquide contenu dans l'enceinte (1) en vue de le mélanger.

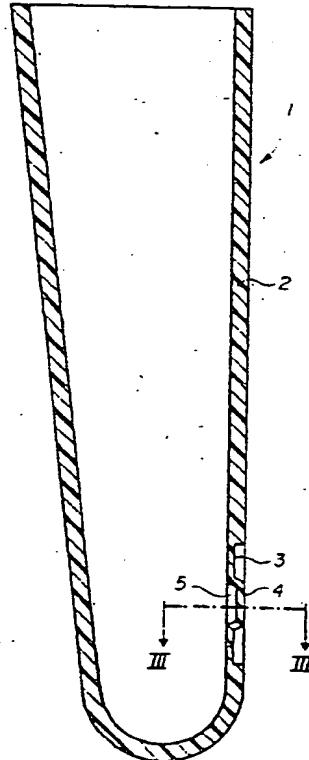


FIG. 2



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 87 81 0725

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	
Y	US-A-4 571 087 (D.F. RANNEY) * Résumé; revendications 1,8; colonne 3, lignes 25-45,46-60 *	1-4	B 01 L 3/14 B 01 J 19/10 B 01 F 11/02 B 01 F 11/00
Y	US-A-3 542 345 (A. KURIS) * Résumé; revendication 1; figure 6 *	1-4	
A	US-A-3 614 069 (E.J. MURRY) * Résumé; colonne 1, lignes 30-71 *	1-4	
A	US-A-2 919 215 (J. NEUHAUS) * Colonne 3, lignes 34-46 *	1	
D,A	DE-C- 952 763 (SIEMENS-SCHUCKERTWERKE) * Page 2, lignes 28-40; figure 2 *	1,3,4	
D,A	US-A-3 633 877 (A.G. BODINE) * Figure 1; revendications 1,2 *	1,2,4	
A	US-A-3 567 185 (SHELL OIL CO.) * Figure 9 *	1-4	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
D,A	FR-A-2 344 329 (DEBERGHE ET LAFAYE - A.L.M.) * Figure 2; revendication 3 *	1	B 01 F
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur	
LA HAYE	20-09-1989	WEINBERG J.J.M.	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul	T : théorie ou principe à la base de l'invention		
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie	E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date		
A : arrière-plan technologique	D : cité dans la demande		
O : divulgation non écrite	L : cité pour d'autres raisons		
P : document intercalaire	& : membre de la même famille, document correspondant		